

THIS PAGE BLANK (USPTO)

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-62595
(P2001-62595A)

(43) 公開日 平成13年3月13日 (2001.3.13)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
B 3 0 B 11/02		B 3 0 B 11/02	F 4 K 0 1 8
A 6 1 J 3/10		A 6 1 J 3/10	B
C 2 2 C 19/05		C 2 2 C 19/05	Z
// B 2 2 F 3/03		B 2 2 F 3/03	

審査請求 未請求 請求項の数20 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-239877

(22) 出願日 平成11年8月26日 (1999.8.26)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(71) 出願人 000002934

武田薬品工業株式会社

大阪府大阪市中央区道修町四丁目1番1号

(72) 発明者 中島 均

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(74) 代理人 100077849

弁理士 須山 佐一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 錠剤成形用杵および臼とその製造方法

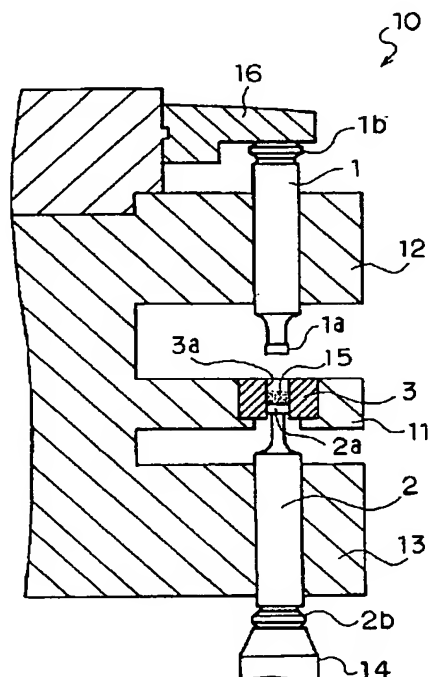
(57) 【要約】

【課題】 酸性粉末などの腐食性物質を含む原料物質を錠剤に成形する際に用いられる杵および臼として、高硬度、高耐食性、優れた離型性を兼ね備える杵および臼を提供する。

【解決手段】 粉末、粒体、ゲル状物、高粘度液体などの原料物質を錠剤に成形する際に用いられる杵および臼であって、例えばCrを25~60重量%、Alを1~10重量%の範囲で含み、残部が実質的にNiからなるNi-Cr-Al系合金により、少なくとも成形部が構成された杵および臼である。これら錠剤成形用杵および臼は、錠剤成形機10の杵1、2や臼3として用いられる。

tablet

mallet/mortar.



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも 1 種を含む原料物質の鋳剤成形に用いられる杵であって、少なくとも前記原料物質と接触する成形部が Ni-Cr-Al 系合金からなることを特徴とする鋳剤成形用杵。

【請求項 2】 請求項 1 記載の鋳剤成形用杵において、前記 Ni-Cr-Al 系合金は、Cr を 25～60 重量%、Al を 1～10 重量% の範囲で含み、残部が実質的に Ni からなることを特徴とする鋳剤成形用杵。

【請求項 3】 請求項 2 記載の鋳剤成形用杵において、前記 Ni-Cr-Al 系合金は、さらに Mn、Si、C および Mg から選ばれる少なくとも 1 種の元素を 0.1 重量% 以下の範囲で含むことを特徴とする鋳剤成形用杵。

【請求項 4】 請求項 2 記載の鋳剤成形用杵において、前記 Ni-Cr-Al 系合金は、さらに Mn、Si および Mg から選ばれる少なくとも 1 種の元素を 0.1 重量% 以下の範囲で含むことを特徴とする鋳剤成形用杵。

【請求項 5】 請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか 1 項記載の鋳剤成形用杵において、前記 Ni-Cr-Al 系合金は、ビッカース硬さで 500 Hv 以上の硬度を有することを特徴とする鋳剤成形用杵。

【請求項 6】 請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか 1 項記載の鋳剤成形用杵において、前記原料物質として腐食性物質の加圧成形に用いられることを特徴とする鋳剤成形用杵。

【請求項 7】 請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか 1 項記載の鋳剤成形用杵において、前記成形部の表面粗さが Ra で $1.6\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする鋳剤成形用杵。

【請求項 8】 粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも 1 種を含む原料物質の鋳剤成形に用いられる臼であって、少なくとも前記原料物質と接触する成形部が Ni-Cr-Al 系合金からなることを特徴とする鋳剤成形用臼。

【請求項 9】 請求項 8 記載の鋳剤成形用臼において、前記 Ni-Cr-Al 系合金は、Cr を 25～60 重量%、Al を 1～10 重量% の範囲で含み、残部が実質的に Ni からなることを特徴とする鋳剤成形用臼。

【請求項 10】 請求項 9 記載の鋳剤成形用臼において、前記 Ni-Cr-Al 系合金は、さらに Mn、Si、C および Mg から選ばれる少なくとも 1 種の元素を 0.1 重量% 以下の範囲で含むことを特徴とする鋳剤成形用臼。

【請求項 11】 請求項 9 記載の鋳剤成形用臼において、前記 Ni-Cr-Al 系合金は、さらに Mn、Si および Mg から選ばれる少なくとも 1 種の元素を 0.1 重量% 以下の範囲で含むことを特徴とする鋳剤成形用臼。

【請求項 12】 請求項 8 ないし請求項 11 のいずれか

1 項記載の鋳剤成形用臼において、

前記 Ni-Cr-Al 系合金は、ビッカース硬さで 500 Hv 以上の硬度を有することを特徴とする鋳剤成形用臼。

【請求項 13】 請求項 8 ないし請求項 12 のいずれか 1 項記載の鋳剤成形用臼において、前記原料物質として腐食性物質の加圧成形に用いられることを特徴とする鋳剤成形用臼。

【請求項 14】 請求項 8 ないし請求項 13 のいずれか 1 項記載の鋳剤成形用臼において、前記成形部の表面粗さが Ra で $1.6\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする鋳剤成形用臼。

【請求項 15】 粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも 1 種を含む原料物質の鋳剤成形に用いられる杵を製造するにあたり、Ni-Cr-Al 系合金素材を溶体化処理する工程と、少なくとも前記原料物質と接触する成形部が前記 Ni-Cr-Al 系合金からなるように、前記溶体化処理した Ni-Cr-Al 系合金素材を所定の杵寸法より大きい形状まで粗加工する工程と、前記粗加工した Ni-Cr-Al 系合金材に時効処理を施す工程と、前記時効処理した Ni-Cr-Al 系合金材を前記所定の杵寸法まで仕上げ加工する工程とを有することを特徴とする鋳剤成形用杵の製造方法。

【請求項 16】 請求項 15 記載の鋳剤成形用杵の製造方法において、前記溶体化処理工程で、前記 Ni-Cr-Al 系合金素材を 1000～1350℃ の範囲の温度で加熱処理した後に、水冷または油冷することを特徴とする鋳剤成形用杵の製造方法。

【請求項 17】 請求項 15 または請求項 16 記載の鋳剤成形用杵の製造方法において、前記時効処理工程で、前記 Ni-Cr-Al 系合金材を 500～950℃ の範囲の温度で加熱処理することを特徴とする鋳剤成形用杵の製造方法。

【請求項 18】 粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも 1 種を含む原料物質の鋳剤成形に用いられる臼を製造するにあたり、Ni-Cr-Al 系合金素材を溶体化処理する工程と、少なくとも前記原料物質と接触する成形部が前記 Ni-Cr-Al 系合金からなるように、前記溶体化処理した Ni-Cr-Al 系合金素材を所定の臼寸法より大きい形状まで粗加工する工程と、

前記粗加工した Ni-Cr-Al 系合金材に時効処理を施す工程と、前記時効処理した Ni-Cr-Al 系合金材を前記所定の臼寸法まで仕上げ加工する工程とを有することを特徴とする鋳剤成形用臼の製造方法。

【請求項 19】 請求項 18 記載の鋳剤成形用臼の製造方法において、

前記溶体化処理工程で、前記Ni-Cr-Al系合金素材を1000～1350℃の範囲の温度で加熱処理した後に、水冷または油冷することを特徴とする錠剤成形用白の製造方法。

【請求項20】 請求項18または請求項19記載の錠剤成形用白の製造方法において、

前記時効処理工程で、前記Ni-Cr-Al系合金材を500～950℃の範囲の温度で加熱処理することを特徴とする錠剤成形用白の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸性粉末などの腐食性物質を含む原料物質を錠剤成形する際に好適な錠剤成形用杵および臼とその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、粉末や粒体などの原料物質を圧縮して、医薬品、医薬部外品、化粧品、農薬、飼料、食料などの錠剤を成形する場合、錠剤形状に応じた貫通孔を有する臼と、この臼の貫通孔（白孔）内に挿入される下杵および上杵とを組合せた型組が用いられている。このような型組を使用した錠剤成形機としては、種々の打錠機が知られている（特開平5-318198号公報、同7-8540号公報、同9-122990号公報、同9-206998号公報など参照）。打錠機では、まず下杵が挿入された臼内に粉末などの原料物質を充填し、この原料物質を上杵で圧縮することにより、所望の錠剤が成形される。

【0003】錠剤成形機などに用いられる杵や臼などの錠剤成形用型組には、例えば特開平7-8540号公報に記載されているように、合金工具鋼（例えばSKS2やSKD11など）のような鉄基合金、あるいはMoやWなどの化合物を主体とする超硬合金などが従来から用いられている。しかし、これら従来の錠剤成形用型組では、必ずしも耐食性や強度の点で満足した特性が得られておらず、原料物質の性質によっては型組寿命が大幅に低下するというような問題が生じている。

【0004】例えば、近年医薬品の多様化などに伴って、酸性粉末のような腐食性の高い粉末などを加圧成形する必要が生じてきている。このような酸性粉末の成形に従来の合金工具鋼などからなる錠剤成形用型組を用いた場合、型組の表面が酸性粉末により早期に腐食されてしまう。金型表面の腐食は、原料粉末の粉離れの低下要因となったり、さらには強度劣化などを招くことになる。このようなことから、酸性粉末などの腐食性の高い粉末を成形する場合には、錠剤成形用型組の寿命が大幅に低下してしまう。

【0005】また、合金工具鋼などからなる錠剤成形用型組の耐食性を向上させるために、クロムメッキなどでコーティングすることも試みられているが、コーティング層の剥離により十分な効果を得ることができず、また離型性の低下なども問題になる。さらに、セラミックス

焼結体の使用も検討されているが、成形時の圧力や撃力により破壊が起こり、実用化には至っていない。

【0006】なお、耐食性の優れた熱間プレス金型として、特開昭63-18031号公報に記載されている金型も提案されている。この金型はCr20～50重量%、Al1.5～9重量%、残部実質的にNiからなるものであり、温度500～800℃、プレス圧500～2000kg/cm²での熱間プレスに対して高硬度を有し、座屈することなく使用寿命が長いことが記載されている。また、この公報中には、Niは耐食性を向上させる成分であることも記載されている。

【0007】さらに、特開昭52-60217号公報、同55-145142号公報、同53-137767号公報、特開平1-127640号公報などには、Ni-Cr-Al系合金からなる時計側や装飾品などが記載されており、これらのNi-Cr-Al系合金は硬度が高く、かつ耐食性に優れていることが記載されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、各種錠剤の成形などに用いられる錠剤成形用型組としては、従来SKS2やSKD11などの合金工具鋼が主に用いられてきたが、酸性粉末などの腐食性の高い原料物質の成形に使用した場合には、型表面が腐食されるなどして、型組の寿命が大幅に低下してしまうというような問題を招いている。また、表面にコーティング処理した型組では、コーティング層の剥離や離型性の低下などが問題になる。さらに、セラミックス焼結体の使用は成形時の圧力や撃力による破壊を招くことから、実用化には至っていない。

【0009】また、Ni-Cr-Al系合金を用いた金型は、熱間プレスする際の高硬度を達成しているものの、常温などでの冷間プレス成形や非加熱プレス成形に適用すること、特に錠剤成形機に用いられる杵や臼に用いて、酸性などの腐食性を有する各種原料物質を錠剤化する際の離型性を長期間にわたって維持することは何等考慮されていなかった。

【0010】本発明はこのような課題に対処するためになされたもので、粉末などの錠剤成形用型組に求められる強度を維持した上で、酸性粉末などの腐食性物質に対する耐食性の向上を図ることによって、型組の長寿命化を達成することを可能にした錠剤成形用杵および臼とその製造方法を提供することを目的としている。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の錠剤成形用杵は、請求項1に記載したように、粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも1種を含む原料物質の錠剤成形に用いられる杵であって、少なくとも前記原料物質と接触する成形部がNi-Cr-Al系合金からなることを特徴としている。

【0012】本発明の錠剤成形用杵において、Ni-C

r-Al系合金には請求項2に記載したように、例えばCrを25~60重量%、Alを1~10重量%の範囲で含み、残部が実質的にNiからなる合金が用いられる。Ni-Cr-Al系合金は請求項3に記載したように、Mn、Si、CおよびMgから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1重量%以下の範囲で含むものであってもよく、さらに切削性や展延性を改善する元素を含むものであってもよい。特に請求項4に記載したように、Mn、SiおよびMgから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1重量%以下の範囲で含むものであることが好ましい。なお、本明細書において、「X~Y」とは「X以上Y以下」を意味するものである。

【0013】本発明で用いるNi-Cr-Al系合金は、例えば請求項5に記載したように、ビッカース硬さで500Hv以上の硬度を有するものであり、このような高硬度に加えて耐食性に優れるものである。このようなNi-Cr-Al系合金からなる本発明の鋳剤成形用杵は、請求項6に記載したように、例えば酸性粉末のような腐食性物質の加圧成形に好適である。また、本発明の鋳剤成形用杵は、請求項7に記載したように、その成形部の表面粗さがRaで1.6μm以下であることが好ましい。

【0014】本発明の鋳剤成形用臼は、請求項8に記載したように、粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも1種を含む原料物質の鋳剤成形に用いられる臼であって、少なくとも前記原料物質と接触する成形部がNi-Cr-Al系合金からなることを特徴としている。

【0015】本発明の鋳剤成形用臼において、Ni-Cr-Al系合金には請求項9に記載したように、例えばCrを25~60重量%、Alを1~10重量%の範囲で含み、残部が実質的にNiからなる合金が用いられる。Ni-Cr-Al系合金は請求項10に記載したように、Mn、Si、CおよびMgから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1重量%以下の範囲で含むものであってもよく、さらに切削性や展延性を改善する元素を含むものであってもよい。特に請求項11に記載したように、Mn、SiおよびMgから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1重量%以下の範囲で含むものであることが好ましい。

【0016】本発明で用いるNi-Cr-Al系合金は、例えば請求項12に記載したように、ビッカース硬さで500Hv以上の硬度を有するものであり、このような高硬度に加えて耐食性に優れるものである。このようなNi-Cr-Al系合金からなる本発明の鋳剤成形用臼は、請求項13に記載したように、例えば酸性粉末のような腐食性物質の加圧成形に好適である。また、本発明の鋳剤成形用臼は、請求項14に記載したように、その成形部の表面粗さがRaで1.6μm以下であることが好ましい。

【0017】本発明の鋳剤成形用杵の製造方法は、請求項15に記載したように、粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも1種を含む原料物質の鋳剤成形に用いられる杵を製造するにあたり、Ni-Cr-Al系合金素材を溶体化処理する工程と、少なくとも前記原料物質と接触する成形部が前記Ni-Cr-Al系合金からなるように、前記溶体化処理したNi-Cr-Al系合金素材を所定の杵寸法より大きい形状まで粗加工する工程と、前記粗加工したNi-Cr-Al系合金材に時効処理を施す工程と、前記時効処理したNi-Cr-Al系合金材を前記所定の杵寸法まで仕上げ加工する工程とを有することを特徴としている。

【0018】また、本発明の鋳剤成形用杵の製造方法は、請求項16に記載したように、前記溶体化処理工程で、前記Ni-Cr-Al系合金素材を1000~1350℃の範囲の温度で加熱処理した後に、水冷または油冷することを特徴としている。さらに、請求項17に記載したように、前記時効処理工程で前記Ni-Cr-Al系合金材を500~950℃の範囲の温度で加熱処理することを特徴としている。

【0019】本発明の鋳剤成形用臼の製造方法は、請求項18に記載したように、粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも1種を含む原料物質の鋳剤成形に用いられる臼を製造するにあたり、Ni-Cr-Al系合金素材を溶体化処理する工程と、少なくとも前記原料物質と接触する成形部が前記Ni-Cr-Al系合金からなるように、前記溶体化処理したNi-Cr-Al系合金素材を所定の臼寸法より大きい形状まで粗加工する工程と、前記粗加工したNi-Cr-Al系合金材に時効処理を施す工程と、前記時効処理したNi-Cr-Al系合金材を前記所定の臼寸法まで仕上げ加工する工程とを有することを特徴としている。

【0020】また、本発明の鋳剤成形用臼の製造方法は、請求項19に記載したように、前記溶体化処理工程で、前記Ni-Cr-Al系合金素材を1000~1350℃の範囲の温度で加熱処理した後に、水冷または油冷することを特徴としている。さらに、請求項20に記載したように、前記時効処理工程で前記Ni-Cr-Al系合金材を500~950℃の範囲の温度で加熱処理することを特徴としている。

【0021】本発明の鋳剤成形用杵および臼において、高強度および高硬度を有すると共に、耐食性に優れるNi-Cr-Al系合金を用いている。すなわち、本質的に耐食性が良好なNiにCrやAlを添加して合金化することによって、より一層耐食性の向上を図ることができる。と、時効処理によりγ相、α相、γ'相などを複合的に析出させて高硬度を得ることができる。

【0022】このようなNi-Cr-Al系合金によれば、粉末、粒体、ゲル状物、高粘度液体およびこれらの混合物などの鋳剤成形用杵や鋳剤成形用臼に求められる

強度を維持した上で、酸性粉末などの高腐食性物質を圧縮成形する場合においても、高腐食性物質との接触に伴う腐食の進行を大幅に抑制することができる。従って、Ni-Cr-Al系合金を少なくとも成形部に用いた本発明によれば、鋳剤成形用杵や鋳剤成形用白の長寿命化を達成することが可能となる。また、そのような鋳剤成形用杵や鋳剤成形用白を適用することによって、長期間にわたって安定的に鋳剤の成形を行うことができ、鋳剤の成形歩留りの向上や成形コストの削減などを図ることが可能となる。

【0023】さらに、上述したNi-Cr-Al系合金は、溶体化処理後の切削加工性に優れることから、溶体化処理後のNi-Cr-Al系合金素材を杵や白の所定寸法より若干大きい形状に粗加工した後、時効処理および所定寸法への仕上げ加工を行うことによって、上述した高強度および高耐食性という特性を安定して得た上で、杵や白の製造コストの削減および寸法精度の向上を図ることができる。

【0024】なお、本発明の鋳剤成形用杵および白は、例えば粉末、粒体、ゲル状物および高粘度液体から選ばれる少なくとも1種を含む原料物質が充填される貫通孔を有する白と、白の貫通孔内に上下方向からそれぞれ挿入される上下一対の杵と、上下一対の杵を加圧して白内に充填された原料物質を圧縮成形する加圧手段とを具備する鋳剤成形機に用いられる。このような鋳剤成形機は、例えば腐食性物質を含む原料物質を加圧成形する際に用いられ、特に酸性粉末を含む原料物質を加圧成形する鋳剤成形機として好適である。

【0025】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施するための形態について説明する。

【0026】図1および図2は、本発明の鋳剤成形用型組の一実施形態としての杵（パンチ）を示す図である。なお、図1は上杵1、図2は下杵2を示している。これら上下一対の杵1、2は、後に詳述する鋳剤成形機などにおいて、粉末、粒体、ゲル状物、高粘度液体およびこれらの混合物などの原料物質を加圧成形する際に用いられ、例えば図3に示すような白（ダイ）3と共に使用されるものである。なお、図3に示す白3は原料物質が充填される貫通孔（白孔）3aを有している。

【0027】杵1、2は、先端部（杵先）に原料物質と接触する成形部1a、2aをそれぞれ有しており、これら成形部1a、2aは白孔3a内に挿入可能な形状とされている。また、杵1、2の成形部1a、2aと反対側の端部には、それぞれ圧縮力が加えられる頭部1b、2bが設けられている。

【0028】このような杵1、2は、少なくとも成形部1a、2aがNi-Cr-Al系合金により形成されている。なお、図1および図2は、成形部1a、2aおよび頭部1b、2bを含む杵全体をNi-Cr-Al系合

金で形成した杵1、2を示している。さらに、杵1、2と共に用いられる白、例えば図3に示したような白3についても、Ni-Cr-Al系合金で形成することが好ましい。この際、白孔3aの内壁面を構成する部分のみを、Ni-Cr-Al系合金で形成することも可能である。杵1、2の成形部1a、2aや白3の白孔3aの内壁面の表面粗さはRaで1.6μm以下とすることが好ましい。

【0029】上述した杵1、2や白3に適用されるNi-Cr-Al系合金としては、Ni、CrおよびAlから主としてなる合金、例えばCrを25~60重量%、Alを1~10重量%の範囲で含み、残部が実質的にNiからなる合金が用いられる。なお、Ni-Cr-Al系合金は微量の不可避不純物を含んでいてもよい。また、後述する第4成分などを積極的に添加したNi-Cr-Al系合金を用いることも可能である。

【0030】本発明で用いられるNi-Cr-Al系合金は、Niを主成分とすることが好ましい。この主成分としてのNiは、靱性を高めると共に耐食性を付与するものであり、またNi-Cr-Al系合金のγ相（母相）を形成する成分である。

【0031】CrはNiと同様に耐食性が高く、Ni-Cr-Al系合金ひいてはそれを用いた杵1、2や白3などに優れた耐食性を付与する成分である。また、Crは後に詳述する時効処理によって、粒界反応に基づくα相の析出を促進する成分である。適量のCrを含むNi-Cr-Al系合金においては、時効処理によりCr基のα相が析出する。

【0032】このようなCrの含有量は25~60重量%の範囲とすることが好ましい。Crの含有量が25重量%未満であると、時効処理によるα相の析出量が不足し、十分な強度や硬度が得られないおそれがある。一方、Crの含有量が60重量%を超えると、延性が低下して脆くなる。Crの含有量は、α相をより安定して析出させることが可能な30~45重量%の範囲とすることが好ましく、さらには35~43重量%の範囲とすることが望ましい。

【0033】Alは、Ni-Cr-Al系合金ひいてはそれを用いた杵1、2や白3に優れた耐食性を付与すると共に、Crとの複合添加により強度および硬度の向上に寄与する成分である。すなわち、Alは後に詳述する時効処理によって、例えばα相とγ母相との間にγ'相（Ni₃Alなど）を析出させる成分である。

【0034】Alは微量添加で著しく時効硬化性を高めるものであり、その含有量は1~10重量%の範囲とすることが好ましい。Alの含有量が1重量%未満であると、時効硬化による硬度や強度の向上効果を十分に得ることができない。一方、Alの含有量が10重量%を超えると、後述する溶体化処理後の硬度が高くなりすぎて、切削加工性などが低下する。Alの含有量は、より安定して複合析出構造を得ることが可能な1~5重量%の範

用とすることが好ましく、さらには1.5～4.5重量%の範囲とすることが望ましい。

【0035】上述したような γ 相、 α 相、 γ' 相による複相析出構造（特に積層構造）を得ることによって、Ni-Cr-Al系合金ひいてはそれを用いた杵1、2や臼3に、高硬度および高強度を付与することができる。具体的には、上述したような組成を有するNi-Cr-Al系合金の硬度は、時効処理後にJIS Z 2244-1992で規定するピッカース硬さで500Hv以上となる。また、時効処理条件の制御などによっては、Ni-Cr-Al系合金の硬度をピッカース硬さで680Hv以上とすることも可能である。

【0036】このような硬度を有するNi-Cr-Al系合金からなる錠剤成形用の杵1、2や臼3は、後述する錠剤成形機などに用いられ、粉末、粒体、ゲル状物、高粘度液体およびこれらの混合物などの原料物質を加圧成形するのに十分な強度を有するものである。さらに、各成分に基づく耐食性によって、例えば酸性粉末のような高腐食性物質を含む原料物質を加圧成形する場合においても、高腐食性物質との接触に伴う型組の腐食の進行を大幅に抑えることができる。これは型表面の腐食に伴う離型性（例えば粉離れ）の低下、さらには強度の低下などを抑制することを意味する。従って、実用的な強度を有する錠剤成形用の杵や臼の長寿命化を達成することが可能となる。

【0037】本発明で用いられるNi-Cr-Al系合金は、上記した基本成分に加えて、例えばMn、Si、CおよびMgから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1重量%以下の範囲で脱酸剤などとして含有していてもよい。特に、Mn、SiおよびMgから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1重量%以下の範囲で含有することが好ましい。

【0038】上記した杵1、2や臼3は、例えば以下のようにして製造される。まず、上述したような組成を有するNi-Cr-Al系合金を溶解および鑄造してインゴットとした後、熱間鍛造や圧延などを施して、適当な大きさおよび形状を有するNi-Cr-Al系合金素材を作製する。溶解、鑄造、鍛造、圧延などは常法にしたがって実施する。

【0039】次に、上記したNi-Cr-Al系合金素材に溶体化処理を施す。溶体化処理時の加熱温度は1000～1350℃の範囲とすることが好ましい。加熱温度が1000℃未満であると、溶体化域に達することができず、良好な切削加工性などを得ることができないおそれがある。一方、加熱温度が1350℃を超えると融点直下となり、部分的に溶融・変形を起こす危険性がある。上記した温度での保持時間（溶体化処理時間）は、特に限定されるものではないが、1時間以上とすることが好ましい。また、上記した温度からの急冷は、例えば油冷や水冷により実施する。

【0040】溶体化処理を施したNi-Cr-Al系合金素材は、次いで所要の杵もしくは臼の寸法より若干大きい形状まで粗加工される。この際の加工形状は、所要の杵もしくは臼の寸法より少なくとも0.2%以上大きい形状、好ましくは1%程度大きい形状とする。この時点では、Ni-Cr-Al系合金素材は溶体化処理により良好な切削加工性、すなわち適度な硬度を有しているため、作業性の低下などを招くことがない。言い換えると、低コストで加工することができる。

【0041】次いで、粗加工を施したNi-Cr-Al系合金材（加工材）に時効処理を施す。時効処理の際の加熱温度は、500～950℃の範囲とすることが好ましく、このような温度で2～6時間保持した後、常温まで徐冷する。加熱温度が500℃未満であると、前述した α 相や γ' 相の析出量が不足し、Ni-Cr-Al系合金材を十分に時効硬化させることができないおそれがある。一方、加熱温度が950℃を超えると固溶域に近くなり、 α 相や γ' 相の析出量が少なくなり、硬度が低下するおそれがある。時効処理温度は550～700℃の範囲とすることがより好ましい。

【0042】上述したような時効処理によって、Ni-Cr-Al系合金材の硬度はピッカース硬さで500Hv以上、さらには680Hv以上となる。そして、時効処理したNi-Cr-Al系合金材を所定の杵もしくは臼の寸法まで仕上げ加工することによって、目的とする杵1、2や臼3が得られる。

【0043】このようにして得られる杵1、2や臼3は、時効処理による高硬度およびそれに基づく高強度と、Ni-Cr-Al系合金の組成に基づく高耐食性を有するものとなる。また、杵1、2や臼3は予め溶体化処理後におおよその寸法まで粗加工しており、時効処理後の高硬度のNi-Cr-Al系合金材に対しては仕上げ加工程度の加工を施せばよいと、製造コストの上昇などを招くことがない。すなわち、低コストで高硬度、高強度、高耐食性を有する錠剤成形用の杵1、2や臼3を作製することが可能となる。

【0044】次に、本発明の錠剤成形用型組を使用した錠剤成形機の例について説明する。図4は錠剤成形機の要部構造を一部断面で示す図である。同図に示す錠剤成形機10において、上杵1、下杵2および臼3はそれぞれ前述した実施形態で示したものである。

【0045】臼3は、白孔3aが垂直方向に位置するように、臼座11が装着されている。また、上杵1および下杵2は、それぞれ上杵保持盤12および下杵保持盤13によって、垂直方向に摺動自在に保持されている。

【0046】下杵2の成形部2aは白孔3a内に挿入されており、この状態で下杵2の頭部2bは下杵ガイド14と接触している。この下杵2の成形部2aと白孔3aとで構成された容器内に原料物質15が充填される。原料物質としては各種粉末、あるいは粒体、ゲル状物、高

粘度液体、これらの混合物などが用いられる。

【0047】原料物質15が充填された白孔3a内には、上杵1の成形部1aが挿入される。そして、上杵1の頭部1bを加圧ガイド16を介して加圧することによって、充填された原料物質15を上下から圧縮して錠剤が成形される。なお、錠剤成形機10は図示を省略した加圧手段を有しており、これにより加圧ガイド16に必要な圧力が加えられる。

【0048】この錠剤成形機10においては、上杵1、下杵2、臼3などの型組部部分（少なくともその成形部）を、前述した高硬度、高強度、高耐食性を有するNi-Cr-Al系合金で形成しているため、例えば酸性粉末のような高腐食性物質を含む原料物質を錠剤化する場合においても、高腐食性物質との接触に伴う杵や臼の腐食進行を大幅に抑えることができる。従って、杵や臼の表面の腐食に伴う離型性（例えば粉離れ）の低下、さらには強度の低下などを抑制することができ、長期間にわたって安定的に錠剤の成形を行うことが可能となる。これにより、錠剤の成形歩留りの向上や成形コストの削減などを図ることができる。

【0049】

【実施例】次に、本発明の具体的な実施例およびその評価結果について述べる。

【0050】実施例1～4

表1に組成を示す各合金試料（Ni-Cr-Al系合金試料）を溶解および鋳造した後、熱間鍛造および熱間圧延して直径35mmの丸棒とした。これら各Ni-Cr-Al系合金素材を1200℃で2時間保持した後に油冷して、

それぞれ溶体化処理を施した。次いで、所定の杵（上杵および下杵）の寸法より1%大きくなるように、溶体化処理後の各Ni-Cr-Al系合金素材を切削加工した。なお、溶体化処理後の各Ni-Cr-Al系合金素材の硬度は表1に示す通りである。

【0051】次に、粗加工した各Ni-Cr-Al系合金素材を650～750℃で5時間保持した後に常温まで空冷した。なお、時効処理後の各Ni-Cr-Al系合金素材の硬度は表1に示す通りである。

【0052】ここで、実施例1と実施例2とは組成を変更し、その他の条件は同じにしたものである。実施例3および実施例4は実施例2と同じ組成に対し、時効処理温度を変更したものである。

【0053】この後、所定の杵寸法までの仕上げ研削および研磨を行って、それぞれ目的とする杵を作製した。なお、各組成のNi-Cr-Al系合金で上杵および下杵を作製した。このようにして得た上下一対の杵を後述する特性評価に供した。

【0054】比較例1

従来の合金工具鋼（SKS2）を用いて、上記した実施例と同形状の上杵および下杵を作製し、後述する特性評価に供した。

【0055】比較例2

従来の合金工具鋼（SKS2）にクロムメッキを施し、上記した実施例と同形状の上杵および下杵を作製し、後述する特性評価に供した。

【0056】

【表1】

	合金組成								Hv	Hv	Aging
	Cr	Al	Mg	Si	Mn	C	Fe	Ni	(ST)	(Aging)	温度(℃)
実施例1	38.062	3.72	0.009	0.024	0.001	—	0.055	bal.	166	698	650
実施例2	37.898	3.815	0.007	0.016	—	—	0.05	bal.	158	707	650
実施例3	37.898	3.815	0.007	0.016	—	—	0.05	bal.	158	658	700
実施例4	37.898	3.815	0.007	0.016	—	—	0.05	bal.	158	641	750
比較例1	0.75	—	—	0.1	0.49	1.05	bal.	0.004	—	721	—
比較例2*	0.75	—	—	0.1	0.49	1.05	bal.	0.004	—	721	—

*：比較例2はクロムメッキ有り。

【0057】上述した実施例1～4および比較例1～2による各上下一対の杵を図4に示した錠剤成形機に組み込み、酸性粉末の加圧成形を実施した。なお、臼については合金工具鋼で作製したものをを用いた。原料粉末として用いた酸性粉末は、水溶するとpH2を示す強酸性粉末である。このような条件下で、耐食性および離型性について確認した。

【0058】耐食性は、実施例1、実施例2および比較例1について、(1)湿度75%中で3日間保持、(2)水滴接触保持1日、の各条件にて腐食の有無を目視観察した。その結果を表2に示す。

【0059】

【表2】

	耐食性試験結果	
	75%RH-3day	水滴接触保持-1day
実施例1	腐食無し	腐食無し
実施例2	腐食無し	腐食無し
比較例1	全面腐食	—

【0060】離型性については各杵を錠剤成形機に組み込み、錠剤を連続的に成形したときの粉末の杵への付着

の有無を確認した。実施例 1、実施例 2 および比較例 2 について、(1) 初期(0分後)、(2) 15分後、(3) 30分後、の各条件にて粉末の付着の有無を目視観察した。その結果を表 3 に示す。

【0061】

【表 3】

	離型性試験結果 (粉末付着)		
	初期	15分	30分
実施例 1	付着無し	付着無し	付着無し
実施例 2	付着無し	付着無し	付着無し
比較例 2	付着有り	付着有り	打錠不可

【0062】表 2 および表 3 から明らかなように、比較例として用いた従来の合金工具鋼では、高湿度中で全面腐食してしまい、耐食性が不十分であったのに対し、本発明に係る実施例 1 および実施例 2 では、全く腐食は起こらなかった。また、水滴接触の過酷な条件下でも腐食は見られず、良好な耐食性が確認された。

【0063】また、合金工具鋼では錠剤成形直後から粉末の付着が認められ、30分後には成形の継続が不可能となったが、本発明に係る実施例 1 および実施例 2 では、錠剤成形開始から30分経過した後も全く粉末の付着は見られず、良好な離型性を有していることが確認された。なお、上記各実施例と同様な合金を用いて作製した臼についても同様な効果が認められた。

【0064】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の錠剤成形用杵および臼は、非常に高い硬度を有している上に、特

に酸性物質などの腐食性物質を含む原料物質を成形するときの耐食性に優れている。そして、この杵や臼を用いた錠剤成形機にて錠剤を成形する際、極めて離型性がよく、長期間にわたって錠剤を安定して成形することが可能となる。

【0065】さらに、本発明の錠剤成形用杵および臼の製造方法によれば、杵および臼としては高い硬度を有するものの、製造工程においては溶体化処理後に加工しやすい硬度を有する状態にあり、この段階で精度よく所望形状に加工することができるため、杵および臼の成形性の向上を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の錠剤成形用杵の一実施形態としての上杵を示す平面図である。

【図 2】 本発明の錠剤成形用杵の他の実施形態としての下杵を示す平面図である。

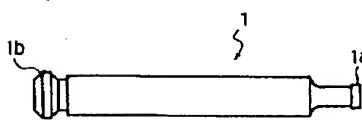
【図 3】 本発明の錠剤成形用臼の一実施形態を示す断面図である。

【図 4】 本発明の錠剤成形用杵および臼を用いた錠剤成形機の一構成例の要部構造を一部断面で示す図である。

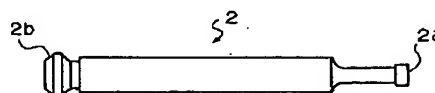
【符号の説明】

- 1……上杵
- 1 a、2 a……成形部
- 2……下杵
- 3……臼
- 3 a……臼孔（貫通孔）
- 10……錠剤成形機

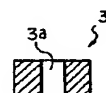
【図 1】



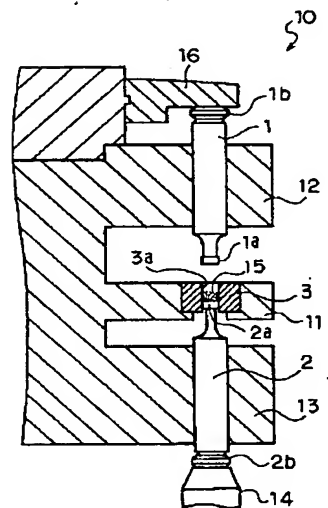
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 谷口 淳二
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株
式会社東芝横浜事業所内
(72)発明者 小泉 秀雄
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株
式会社東芝横浜事業所内
(72)発明者 福山 光
大阪府池田市五月丘5丁目1番3号 武田
薬品五月丘寮

(72)発明者 深田 公司
大阪府豊中市三和町2丁目1番1-613号
(72)発明者 田畑 哲朗
大阪府吹田市山田西2丁目9番A1-413
号
(72)発明者 中村 悦治
大阪府大阪市東淀川区北江口1丁目5番2
-201号
Fターム(参考) 4K018 CA16 KA58

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)